

**METHOD FOR MANUFACTURING TITANIUM OXIDE**

Patent Number: JP2001354422  
Publication date: 2001-12-25  
Inventor(s): SAKATANI YOSHIAKI;; KOIKE HIRONOBU  
Applicant(s): SUMITOMO CHEM CO LTD  
Requested Patent: ☐ JP2001354422  
Application Number: JP20000176519 20000613  
Priority Number(s):  
IPC Classification: C01G23/08; B01D53/86; B01J21/06; B01J35/02; B01J37/08  
EC Classification:  
Equivalents:

---

**Abstract**

---

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a method to easily manufacture titanium oxide which shows the catalytic activity by irradiation of visible rays without using a specified device equipped with a vacuum chamber.

**SOLUTION:** After an amorphous titanium oxide precursor is supplied to a calcination furnace, an ammonia-containing gas is introduced into the furnace and the precursor is calcined at 300 to 600 deg.C.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号  
特開2001-354422  
(P2001-354422A)

(43) 公開日 平成13年12月25日 (2001. 12. 25)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テマコード (参考)
C 0 1 G 23/08		C 0 1 G 23/08	4 D 0 4 8
B 0 1 D 53/86	Z A B	B 0 1 J 21/06	A 4 G 0 4 7
B 0 1 J 21/06		35/02	J 4 G 0 6 9
35/02		37/08	
37/08		B 0 1 D 53/36	Z A B J
		審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 3 頁)	

(21) 出願番号 特願2000-176519 (P2000-176519)

(22) 出願日 平成12年6月13日 (2000. 6. 13)

(71) 出願人 000002093

住友化学工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号

(72) 発明者 酒谷 能彰

愛媛県新居浜市惣閑町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(72) 発明者 小池 宏信

愛媛県新居浜市惣閑町5番1号 住友化学  
工業株式会社内

(74) 代理人 100093285

弁理士 久保山 隆 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸化チタンの製造方法

(57) 【要約】

【課題】 可視光線の照射によって触媒活性を示す酸化チタンを真空容器を備えた特定の装置を用いることなく簡易に製造する方法を提供する。

【解決手段】 非晶質である酸化チタン前駆体を焼成炉に入れた後、該焼成炉にアンモニア含有ガスを導入して300～600℃で焼成する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 酸化チタン前駆体をアンモニア含有ガス雰囲気下、300～600℃で焼成することを特徴とする酸化チタンの製造方法。

【請求項2】 酸化チタン前駆体を焼成炉に入れた後、該焼成炉にアンモニア含有ガスを導入して焼成する請求項1記載の方法。

【請求項3】 酸化チタン前駆体が非晶質である請求項1または2記載の方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化チタンの製造方法に関するものであり、さらに詳しくは可視光線の照射によって触媒活性を示す酸化チタンの製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】酸化チタンが示す光触媒作用によって、大気中の悪臭物質や水中の有機溶剤、界面活性剤を分解除去することが検討されている。最近では、汎用性、利便性から光源に可視光線を使った分解除去方法が注目され、可視光線を照射したときに触媒活性を示す酸化チタンの開発が期待されている。

【0003】可視光線の照射によって触媒活性を示す酸化チタンの製造方法として、例えば、WO982374号公報には、酸化チタンをマイクロ波低温プラズマ法により処理しその表面に炭化チタンを形成させる方法が記載されている。

【0004】しかし、WO982374号公報記載の方法では、酸化チタンを処理するためにマイクロ波プラズマ発生装置のような真空容器を備えた特定の装置が必要であり、操作が煩雑となる問題があった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、可視光線の照射によって触媒活性を示す酸化チタンを真空容器を備えた特定の装置を用いることなく簡易に製造する方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明者等は、光触媒用途に好適な酸化チタンの製造方法について検討を行った結果、本発明を完成するに至った。

【0007】すなわち、本発明は、酸化チタン前駆体をアンモニア含有ガス雰囲気下、300～600℃で焼成することを特徴とする酸化チタンの製造方法を提供するものである。

【0008】

【発明の実施の形態】以下、本発明を詳細に説明する。本発明に用いられる酸化チタン前駆体としては、例えば、水酸化チタン、チタン酸、三塩化チタン、四塩化チタン、四臭化チタン、硫酸チタン、オキシ硫酸チタンのような無機チタン化合物、または、テトライソプロポキ

シチタン、テトラn-ブトキシチタン、テトラキス(2-エチルヘキシルオキシ)チタン、テトラステアリルオキシチタンのようなテトラアルコキシチタン化合物；チタンアシレート化合物；ジイソプロポキシビス(アセチルアセトナト)チタン、イソプロポキシ(2-エチル1,3-ヘキサジオラト)チタン、ヒドロキシビス(ラクタト)チタンのようなチタンキレート化合物等の有機チタン化合物が挙げられ、その他に、三塩化チタン、四塩化チタン、四臭化チタン、硫酸チタン、硫酸タニルの部分加水分解物や有機チタン化合物の部分加水分解物が挙げられる。ここで、部分加水分解とは、有機チタン化合物を加水分解するに際し、加水分解に必要な化学量論量より少ない水(液体、気体のいずれであってもよい。)の存在下で行うことを示す。本発明では、酸化チタン前駆体として、特に、水酸化チタン、または有機チタン化合物の部分加水分解物の適用が推奨される。

【0009】酸化チタン前駆体には成形を施し、粒子状、繊維状、薄膜状等にしてから、焼成に供してもよい。酸化チタン前駆体を成形して形状をもたせることによって、十分な触媒活性を示し、かつ所望の形状を有する酸化チタンを容易に得ることができる。例えば、繊維状の酸化チタン前駆体を焼成に供すれば、繊維状の酸化チタンを簡易に得ることができ、また、薄膜状の酸化チタン前駆体を焼成に供すれば、薄膜状の酸化チタンを簡易に得ることができる。

【0010】また、酸化チタン前駆体に対し、酸化珪素、酸化アルミニウム、酸化ジルコニウム、酸化マグネシウム、酸化亜鉛、酸化鉄および酸化チタンのような無機酸化物、成形助剤、結合剤、帯電防止剤または吸着剤を添加してもよい。

【0011】本発明では、この酸化チタン前駆体をアンモニア含有ガス雰囲気下、300℃～600℃で焼成する。焼成は350℃以上、また500℃以下の温度で行うことが好ましく、1分以上、さらには5分以上で行うことが好ましい。

【0012】また、焼成は、アンモニア濃度が0.1体積%以上であるアンモニア含有ガス雰囲気中で行うことが好ましい。アンモニア含有ガス雰囲気中のNO<sub>x</sub>で示される窒素酸化物の含有量は100ppm以下、さらには50ppm以下であることが好ましい。

【0013】この焼成は、例えば、酸化チタン前駆体を入れた焼成炉にアンモニア含有ガスを導入した後、昇温し所定温度で保持する方法または酸化チタン前駆体を入れた焼成炉にアンモニア含有ガスを導入しながら、昇温し所定温度で保持する方法で行うことができる。これらの方法では、昇温速度は100℃/h以上、さらには200℃/h以上であることが好ましい。

【0014】本発明の方法により得られる酸化チタンは、可視光線の照射によって高い触媒活性を示すので、これをそのまま、またはこれを成形して用いることによ

10

20

30

40

50

り、大気中の悪臭物質の分解除去、または水中の有機溶剤や農薬、界面活性剤の分解除去に適用できる光触媒とすることができる。

【0015】

【実施例】以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は本実施例に限定されるものではない。

#### 実施例1

四塩化チタン（試薬特級、和光純薬工業製）25gを300mLフラスコに入れ、空気雰囲気下で攪拌し、氷水で冷却しながら25%アンモニア水（試薬特級、和光純薬工業製）36gを約5分で滴下して加水分解した後、濾過、洗浄して非晶質水酸化チタンを得た。

【0016】得られた水酸化チタンを電気加熱式焼成炉に入れ、この焼成炉内にアンモニア濃度約0.5体積%のガスを連続導入しながら、200℃/hにて昇温し400℃で1時間焼成して粒子状酸化チタンを得た。焼成炉に導入したガスは、25%アンモニア水に1L/minで空気を送り曝気することによって調製した。

【0017】密閉式のパイレックス（登録商標）製反応容器（直径8cm、高さ10cm、容量約0.5L）内に、直径5cmのガラス製シャーレを設置し、そのシャーレ上に、上で得られた粒子状酸化チタンを置いた。反応容器内を酸素と窒素との体積比が1:4である混合ガスで満たし、アセトアルデヒドを4.5μmol封入し、反応容器の外から可視光線を照射した。可視光線の照射には、500Wキセノンランプ（ウシオ電機製、商\*

\*品名：オプティカルモジュールSX-UI500XQ、ランプUXL-500SX）に、波長約430nm以下の紫外線をカットするフィルター（東芝硝子製、商品名：Y-45）と波長約830nm以上の赤外線のカットするフィルター（ウシオ電機製、商品名：スーパーコールドフィルター）とを装着したものを光源として用いた。可視光線の照射によりアセトアルデヒドが分解すると、二酸化炭素が発生するので二酸化炭素の濃度を光音響マルチガスモニタ（INNOVA製、1312型）で経時的に測定し、濃度変化より算出した二酸化炭素の生成速度により、酸化チタンのアセトアルデヒドに対する光触媒作用を評価した。この例における二酸化炭素の生成速度は酸化チタン1gあたり1.81μmol/hであった。

【0018】比較例1

実施例1と同じ方法で得られた水酸化チタンを電気加熱式焼成炉に入れ、この焼成炉内に空気を連続導入しながら、200℃/hにて昇温し400℃で1時間焼成して粒子状酸化チタンを得た。

【0019】次いで、この粒子状酸化チタンについて、実施例1と同様にしてアセトアルデヒドに対する光分解作用を評価した結果、二酸化炭素の生成速度は酸化チタン1gあたり0.11μmol/hであった。

【0020】

【発明の効果】本発明の方法によれば、可視光線を照射することによって触媒活性を示し、水中の有機物を分解除去可能な酸化チタンを簡易に製造することができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4D048 AA19 AA22 AB03 BA07X  
BA41X EA01  
4G047 CA02 CB04 CC03 CD02 CD03  
CD05 CD07  
4G069 AA02 AA08 BA04A BA04B  
BA04C BA48A BB04A BB04B  
CA01 CA10 CA17 EA01X  
EA01Y EC22Y FB08 FB29  
FB31 FB36